

硫氰酸盐-结晶紫分光光度法测定微量锌

吴志强

(生产设备处)

雷淑贞

(应用化学系)

摘要 在吐温-80存在下, 锌与硫氰酸盐、结晶紫生成兰绿色离子缔合物, 可在水相分光光度测定。最大吸收波长为540nm, 表观摩尔吸光系数为 $2.35 \times 10^5 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$, 锌在0—9 $\mu\text{g}/25\text{ml}$ 范围内服从比尔定律。方法应用于自来水和铝合金中微量锌的测定, 简单、快速, 结果满意。

关键词 锌, 硫氰酸盐, 结晶紫, 分光光度法

锌的光度法测定已有一些报道^[1-3], 而文献[4]对锌的硫氰酸盐-结晶紫光度法测定也有介绍, 本文试验了在增溶剂吐温-80存在的0.08mol/L硫酸介质中, 锌和硫氰酸盐形成的络阴离子与结晶紫形成可溶性紫兰色的离子缔合物, 本体系在加入适量的隐蔽剂可以不用分离, 直接在水相中测定微量锌, 用于自来水和铝合金中微量锌的测定, 灵敏度高, 准确度好, 回收率在99.10—102.7%之间, 取得良好结果。

1 实验部分

1.1 主要试剂和仪器 锌标准溶液10 $\mu\text{g}/\text{ml}$; 20%硫氰酸钾; 1.02mol/L硫酸; 1%吐温-80; 0.1%结晶紫(CV); 721型分光光度计。

1.2 试验方法 准确吸取一定量锌标准溶液于25ml容量瓶中, 加入1mol/L H_2SO_4 2.0ml, 20% KCNS 2.0ml, 0.1%CV 1.5ml 和1%吐温-80 1.5ml, 用水稀释至该度, 摇匀, 放置15min 后于波长540nm 处用1cm 比色皿, 以试剂空白作参比在721光度计测定吸光度。

2 结果与讨论

2.1 吸收曲线和标准曲线 (1)吸收曲线: 试剂最大吸收波长为600nm 而硫氰酸锌-CV 三元离子缔合物的最大吸收波长为540nm。(2)标准曲线: 从图1知锌在0—9 $\mu\text{g}/25\text{ml}$ 范围内服从比尔定律。其表现摩尔吸光度为 $2.35 \times 10^5 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

本文1991-03-20收到。

2.2 酸度的影响 试验了缔合物在1mol/LH₂SO₄,HCl,H₃PO₄溶液介质中的吸光值,表明缔合物在1.02 mol/LH₂SO₄介质中灵敏度较高,其酸度在0.06—0.09 mol/L为宜,实验选用0.08 mol/L.

2.3 硫氰酸钾的用量 有色的硫氰酸络合物的离解度相当大,为使络合完全,须用较过量的硫氰酸钾,结果表明硫氰酸钾的用量以0.08—0.25mol/L为宜,选用0.16 mol/L.

2.4 结晶紫用量 适宜用量为2.5—4.0ml,选用3.0ml.

2.5 吐温-80的用量 试验了曲通-100,OP乳化剂,聚乙烯醇,吐温-80等增溶剂,以吐温-80增溶效果最佳,加入后使离子缔合物不以沉淀形式析出,提高了方法的灵敏度.最佳用量为1.0—1.8ml,选用1.5ml.

2.6 缔合物的稳定性 室温时显色后10—30min 吸光值稳定不变,温度在18—30℃吸光值恒定不变.

2.7 共存离子的干扰 在试验条件下,5μg Zn 存在时,Al³⁺(500)(μg 下同),Mg²⁺(400),Ca²⁺(300),Pb²⁺(250),Cr³⁺(200),Ti⁴⁺(60)不干扰测定,在5%抗坏血酸,酒石酸及硫脲存在下,Si⁴⁺(600),Fe³⁺(250),Cu²⁺(250),Co²⁺,Ni²⁺(10)不干扰测定.

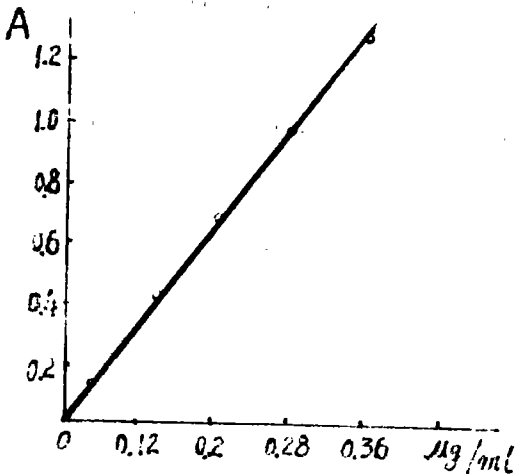


图1 标准曲线

3 应用

3.1 自来水微量锌的测定及回收试验 吸取10ml 自来水于25ml 容量瓶中,加入5%抗坏血酸、5%酒石酸5ml,1.02mol/L H₂SO₄和20% KCNS 2.0ml,吐温-80 1.5ml,0.1% CV 3.0ml,用水稀释至刻度,摇匀,放置15min 后,于波长540nm 处用1cm 比色皿,以试剂空白作参比测定吸光度结果见表1,2.

表1 自来水分析结果

取样量(ml)	测得 Zn 量(μg/ml)	平均值(μg/ml)
10	2.65(×5)	2.62
	2.57(×3)	
	2.60	

表2 回收试验结果

取样量(ml)	含 Zn 量(μg)	加入 Zn 量(μg)	测得 Zn 量(μg)	回收率(%)
10	2.62	5	7.62(×2),7.70 7.80,7.75	102.7
		4	6.48(×2),6.50(×2) 6.62,6.64	99.10

3.2 铝合金中微量锌的测定 称取0.1000g 铝合金于100ml 烧杯中加入40% NaOH 6 ml, 加热溶解, 冷却至室温后, 加入(1+1)HCl 15ml, 移入100ml 容量瓶, 定容. 吸取一定量上述试液于25ml容量瓶, 加入5%抗坏血酸-酒石酸-硫脲溶液4ml, 以下按试验方法, 测定吸光度, 结果见表3.

表3 铝合金 LT₂ BY2171-1分析结果

试样重(mg)	锌标准含量(%)	本法测得锌量(%)	平均值	相对偏差(%)	变异系数(%)
4.210	0.096	0.0940, 0.0950,	0.0956	0.0013	1.34
		0.0962, 0.0969,			
		0.0973			
4.101		0.0949, 0.0941,	0.0959	0.0020	1.51
		0.0962($\times 2$),			
		0.0970			

参 考 文 献

- [1] 刘忻, 锌(Ⅱ)-镉试剂2B-OP 胶束增溶光度法测定镁合金中锌, 分析试验室, 6(1986), 33.
- [2] 肖满田、朱松乔, 铝合金中微量锌的测定, 冶金分析, 6(1986), 17.
- [3] 刘绍璞、刘忠芳, 硫氰酸锌络离子与碱性三苯甲烷染料在水溶液中的显色反应, 化学试剂, 4(1982), 20.
- [4] 汤仲禧, 纯铝和铝合金中痕量锌的胶束增溶光度测定, 理化检验(化学分册), 24, (1988), 49.

The Use of Thiocyanate-Crystal Violet in the Spectrophotometric Determination of Trace Zinc

Wu Zhijiang

Lei Shuzhen

(Office of Production and Equipments)

(Department of Applied Chemistry)

Abstract In the presence of Tween-80, trace zinc associates with thiocyanate and crystal violet to form a blue-green ionic associate which can be determined by spectrophotometry. It shows a peak absorption wavelength of 540nm and a molar absorptivity of $2.35 \times 10^5 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$. Beer's law is obeyed when trace zinc is in the range of 0—9 $\mu\text{g}/25\text{ml}$. Applying this simple and rapid method to the determination of trace zinc in tap water and aluminium alloy, the results are satisfactory.

Key word zinc, thiocyanate, crystal violet, spectrophotometry